(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

Wirtschaftspatent

Erteilt gemaeß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461 (11) 205 632

Int.Cl.³ 3(51) B 22 F 9/08
C 22 C 29/00

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP B 22 F/ 2408 161 (22) 17.06.82 (44) 04.01.84

(71) siehe (72)
(72) BEYERLEIN, LOTHAR; MAY, SIEGFRIED, DIPL.-ING.; KLIER, HELMUT; DAESCH, GOETZ,DIPL.-ING.;DD;
(73) siehe (72)
(74) VEB KERAMISCHE WERKE HERMSDORF BUERO F. SCHUTZRECHTE 6530 HERMSDORF FR.-ENGELS-STR. 79

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON TITANNITRIDPULVER

(57) Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, mit gasförmigem Stickstoff im aufgeheizten Schwebezustand beim Flamm- oder thermischen Plasmaspritzen umgesetztes Titanhydrid als feinkörniges Titannitridpulver unter Anwendung aus der Metallpulverherstellung bekannter Verfahren herzustellen. Dies geschieht erfindungsgemäß durch plötzliches Abkühlen auf einer Platte oder in einer Flüssigkeit, wobei Sorge zu tragen ist, daß kein Sauerstoff hinzutritt oder freigesetzt wird. Bei einer Ausführungsform der Erfindung erreicht man dies durch abgekochtes Wasser, dem Ammoniak zugesetzt ist. Anwendungsgebiet der Erfindung ist die Herstellung von Ausgangsmaterialien für hitzebeständige Sinterteile und für „Vergoldungspasten" zur Dekoration von Tafelporzellan.

(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

Wirtschaftspatent

Erteilt gemaeß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461 (11) 205 632

Int.Cl.³ 3(51) B 22 F 9/08
C 22 C 29/00

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP B 22 F/ 2408 161 (22) 17.06.82 (44) 04.01.84

(71) siehe (72)
(72) BEYERLEIN, LOTHAR; MAY, SIEGFRIED, DIPL.-ING.; KLIER, HELMUT; DAESCH, GOETZ, DIPL.-ING.; DD;
(73) siehe (72)
(74) VEB KERAMISCHE WERKE HERMSDORF BUERO F. SCHUTZRECHTE 6530 HERMSDORF FR.-ENGELS-STR. 79

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON TITANNITRIDPULVER

(57) Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, mit gasförmigem Stickstoff im aufgeheizten Schwebezustand beim Flamm- oder thermischen Plasmaspritzen umgesetztes Titanhydrid als feinkörniges Titannitridpulver unter Anwendung aus der Metallpulverherstellung bekannter Verfahren herzustellen. Dies geschieht erfindungsgemäß durch plötzliches Abkühlen auf einer Platte oder in einer Flüssigkeit, wobei Sorge zu tragen ist, daß kein Sauerstoff hinzutritt oder freigesetzt wird. Bei einer Ausführungsform der Erfindung erreicht man dies durch abgekochtes Wasser, dem Ammoniak zugesetzt ist. Anwendungsgebiet der Erfindung ist die Herstellung von Ausgangsmaterialien für hitzebeständige Sinterteile und für „Vergoldungspasten" zur Dekoration von Tafelporzellan.

Zur PS Nr. 205 632
ist eine Zweitschrift erschienen.
(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs. 1 d. Änd.Ges.z.Pat.Ges.)

240816 1

Lothar Beyerlein
Siegfried May
Helmut Klier
Götz Däsch

P 885
IPK: B 22 F, 9/00
10.6.1982

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung von Titannitridpulver

Anwendungsgebiet der Erfindung

Anwendungsgebiet der Erfindung ist die Herstellung von Titannitridpulver zur Herstellung von Sinterteilen daraus bzw. zur Dekoration von Keramikteilen, wobei die typische Goldfarbe ausgenutzt wird.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Seit langem sind verschiedene thermische Reaktionen zur Herstellung von Titannitrid bekannt (Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, 8. Auflage, Nr. 41 "Titan", Weinheim 1951, S. 272ff), denen aber der Mangel anhaftet, daß die Reaktionen teilweise unvollständig verlaufen und daß ein Konglomerat entsteht, das bei der bekannten Härte dieses Stoffes schwer zu Pulver der gewünschten Körnung umzuwandeln ist.

Es ist weiter allgemein bekannt, geschmolzenes Metall zur Er-

zeugung von Metallpulver in Wasser zu zerstäuben (DE 2 757 410). Angewandt auf Titannitrid mit einem Schmelzpunkt von etwa 3200°C würde die technische Lehre praktisch unüberwindliche Werkstoffprobleme bei Schmelztiegel, Heizkörper und Zerstäubungsdüse aufwerfen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Herstellung von Titannitridpulver mit gewünschter Zusammensetzung und Körnung.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, mit gasförmigen Stickstoff im aufgeheizten Schmelzzustand umgesetztes Titanhydrid als feinkörniges Titannitridpulver unter Anwendung der aus der Metallpulverherstellung bekannten Verfahren auf diese chemische Verbindung herzustellen.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß der umgesetzte Teilchenstrahl unter Vermeidung von Sauerstoffzutritt oder -freisetzung plötzlich abgekühlt wird.

Es ist zweckmäßig, wenn der Teilchenstrahl auf eine gekühlte Platte aus Polytetrafluoräthylen gerichtet wird, wobei die Kornform durch Schrägstellung dieser Platte über den Aufprallwinkel des Strahles gesteuert werden kann.

Es kann auch zweckmäßig sein, den Teilchenstrahl auf eine Flüssigkeit zu richten, die von physikalisch gelöstem Sauerstoff befreit ist und keinen chemisch gebundenen Sauerstoff enthält oder in einem solchen Abstand vom Spritzmundstück gehalten wird, daß die Teilchen die Zersetzungstemperatur dieser Flüssigkeit vor Eintritt in dieselbe bereits unterschritten haben.

Schließlich ist es zweckmäßig, wenn die verwendete Flüssigkeit abgekochtes Wasser mit bis zu 10 Vol.-% gelöstem Ammoniak ist.

Ausführungsbeispiel

Eine Plasmaspritzanlage wird mit pulverisierten Titanhydrid der Körnung 40 /um und einem tangential ringförmig um den Titannitridstrom geführten Strom technischen Stickstoffs beschickt und der Strahl des Reaktionsproduktes auf einen Behälter mit abgekochten Wasser gerichtet, in dem Ammoniak gelöst ist, was nach den Löslichkeitsgesetzen die Wiederaufnahme von Sauerstoff sehr unwahrscheinlich macht. Der Behälter ist mindestens 100 mm von der Öffnung der dem Plasmatron vorgeschalteten Reaktionstrommel entfernt, so daß die in das Wasser eintretenden Teilchen auf jeden Fall die thermische Zersetzungstemperatur des Wassers von etwa 1000 °C unterschritten haben. Man erhält ein Pulver, das für die Herstellung der Dekorationen von "Gold"-Rand-Porzellan geeignet ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann sehr vielfältig variiert werden. Nimmt man ein Titanhydridpulver der Körnung 10 /um, so erhält man Titannitridsphäroide der Körnung 8 /um. Das Reaktionsprodukt Wasserstoff übt die sehr vorteilhafte Wirkung eines Schutzgases aus, da die Anwesenheit von Sauerstoff, wie schon mehrfach angedeutet, die Nitridbildungsreaktion sehr stören würde.

Bei der erfindungsgemäßen Ausführungsform mit der Polytetrafluoräthylenplatte kann man die Aufprallkinetik der Titannitridtröpfchen so steuern, daß sogenannte Sekundärtröpfchen entstehen, die wesentlich kleiner sind als diejenigen, die direkt im Flüssigkeitsbad erhalten wurden. Es lassen sich hierbei Pulverteilchen erzeugen, die von der Sphäroidform abweichen. Die Aufprallplatte kann zur Verringerung der Klebe-

neigung der Teilchen mit einem Flüssigkeitsfilm der Zusammensetzung nach Punkt 5 des Erfindungsanspruches versehen werden.

Es kann vorteilhaft sein, das Ausgangsprodukt Titanhydrid längere Zeit an Luft bei etwas erhöhten Temperaturen (bis 60 °C) zu lagern, so daß überstöchiometrischer, d. h. physikalisch gelöster Wasserstoff durch Diffusion entweicht.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Titannitridpulver durch Flamm- oder thermisches Plasmaspritzen von pulvrigem Titanhydrid, das im aufgeheizten Schwebezustand mit gasförmigem Stickstoff umgesetzt wird, gekennzeichnet dadurch, daß der umgesetzte Teilchenstrahl unter Vermeidung von Sauerstoffzutritt oder -freisetzung plötzlich abgekühlt wird.

2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der Teilchenstrahl auf eine gekühlte Platte aus Polytetrafluoräthylen gerichtet wird.

3. Verfahren nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Kornform über den Aufprallwinkel des Strahls auf die Platte gesteuert wird.

4. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der Teilchenstrahl in eine Flüssigkeit gerichtet wird, die vom physikalisch gelösten Sauerstoff befreit ist und keinen chemisch gebundenen Sauerstoff enthält oder in einem solchen Abstand vom Spritzmundstück gehalten wird, daß die Teilchen die Zersetzungstemperatur dieser Flüssigkeit vor Eintritt in dieselbe bereits unterschritten haben.

5. Verfahren nach Punkt 4, gekennzeichnet dadurch, daß die Flüssigkeit abgekochtes Wasser mit bis zu 10 Vol.-% gelöstem Ammoniak ist.